

- (C) FILE CAPLUS
STN CA Caesar accession number : 1417
AN - 1973:406796 CAPLUS
DN - 79:6796
TI - 5,8-Dimethylpyrazolanthrone
IN - Arient, Josef
SO - Czech., 3 pp.
CODEN: CZXXA9
DT - Patent
LA - Czech
FAN.CNT 1

XP-002152991

	<u>PATENT NO.</u>	<u>KIND</u>	<u>DATE</u>	<u>APPLICATION NO.</u>	<u>DATE</u>
PN	CS146895 ✓		19730115	CS 1971-1065	19710212
AB	5,8-Dimethylpyrazolanthrone (I) [40537-86-8] was prepd. in 89% yield by diazotization of 5,8-dimethyl-1-aminoanthraquinone in nitrosyl sulfuric acid, isolation of the diazonium sulfate, redn. with NaHSO3 in alk. soln., and cyclization of the K 5,8-dimethylantraquinone-1-(hydazinedisulfonate) in concd. H2SO4.				
IT	40537-86-8P				
	RL: IMF (Industrial manufacture); PREP (Preparation) (prepn. of)				
RN	40537-86-8	CAPLUS			
CN	Anthra[1,9-cd]pyrazol-6(2H)-one, 7,10-dimethyl- (9CI) (CA INDEX NAME)				

ČESKOSLOVENSKÁ
SOCIALISTICKÁ
REPUBLIKA

PATENTOVÝ SPIS 146895

*Právo k využití vynálezu přísluší státu
podle § 3 odst. 6 zák. č. 34/1957 Sb.*



ÚRAD PRO PATENTY
A VYNÁLEZY

Přihlášeno 12. II. 1971 (PV 1065-71)

Vyloženo 28. II. 1972

Vydáno 15. I. 1973

INTERNATIONAL REFERENCE LIBRARY
OF SCIENCE AND INVENTION
14 MAR 1973

PT 22 b 3/13

MPT C 09 b 5/04

DT 668.812.55

Dr. ing. JOSEF ARIENT, DrSc., PARDUBICE

Způsob přípravy 5,8-dimethylpyrazolantronu

1

Vynález se týká způsobu přípravy 5,8-dimethylpyrazolantronu redukcí diazotovaného 5,8-dimetyl-1-aminoantrachinonu.

Přesto, že příprava samotného nealkylovaného pyrazolantronu je předmětem řady vědeckých i patentových prací, příprava jeho C-alkylderivátů není popsána. Jeho 5,8-dimetylderivát připravený podle tohoto vynálezu má obdobné chemické vlastnosti jako základní pyrazolantron, v důsledku působení svých alkylových skupin zlepšuje v barvivech jejich koloristické vlastnosti.

Způsobem podle tohoto vynálezu se 5,8-

2

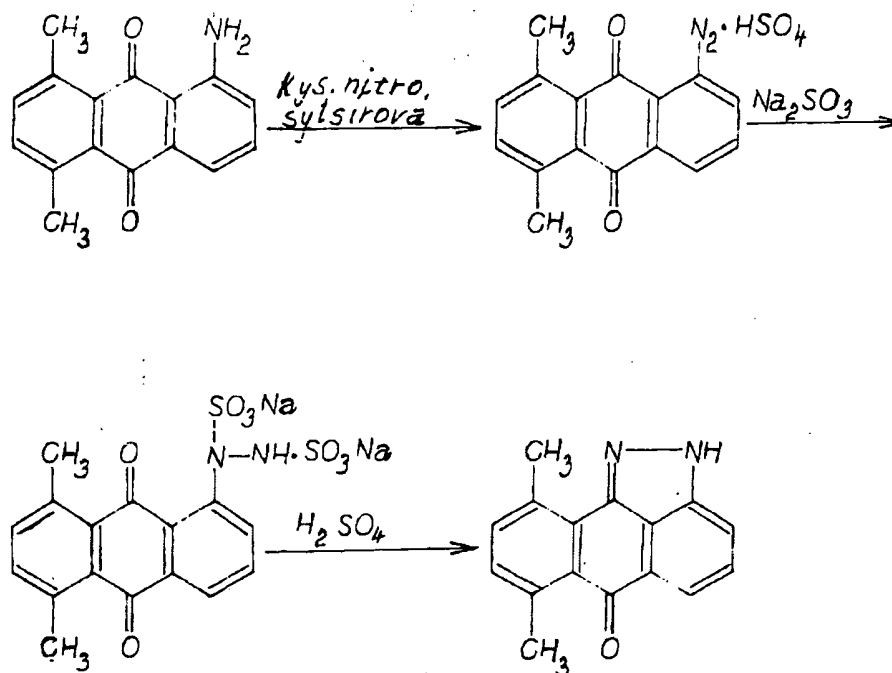
dimethylpyrazolantron připravuje z 5,8-dimetyl-1-aminoantrachinonu diazotací a následující redukcí. Diazotace se provádí kyselinou nitrosylsiřovou. Vzniklý diazoniumsulfát se redukuje se sířičtanem sodným na 5,8-dimetylantrachinonyl-1-hydrazindisulfonan, který se z vodného roztoku izoluje ve formě draselné soli. Zahřátím v prostředí kyseliny sírové se hydrazindisulfonan draselný hydrolyzuje a přechodně vzniklý dimetylantrachinonyl-1-hydrazin se současně cyklisuje na 5,8-dimethylpyrazolantron.

146895

146895

3

4



Všechny reakční stupně probíhají hladce a kvalita dimethylpyrazolantronu je postačující pro přípravu většiny barviv. Produkt je možno přechistit sublimací.

Příklad

Do 150 g 94% kyseliny sírové se vnese za míchání 7,2 g dusičnanu sodného při maximální teplotě 40 °C. Po úplném rozpuštění se nitrosylsírová kyselina ochladí na 15–17 °C a vnese se do ní 22,3 g 5,8-dimethyl-1-aminoantrachinonu. Zvolna se zahřeje na 30–35 °C a za míchání se udržuje na této teplotě 4 hodiny. Po ukončení diazotace (zkouška na KJ-škrobový papírek) se reakční směs vlije do 400 ml vody a 200 g ledu při teplotě 25 °C. Vyloučený diazoniumsulfát se odfiltruje na nuči a třikrát promyje 20 ml 30% roztoku kuchyňské soli. První promývací podíl se jímá k hlavnímu filtrátu, ostatní se zpracují jako odpadní vody. K filtrátu (celkový objem 600 ml) se přidá 60 g kuchyňské soli a 5 g chloridu zinečnatého. Vyloučená podvojná sůl diazolátky s chloridem zinečnatým se odfiltruje, promyje asi 50 ml konc. roztoku NaCl a

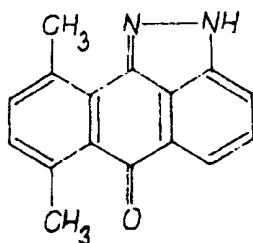
přidá k hlavnímu podílu. Pasta diazolátky se vnese během 1 hodiny do roztoku siřičitanu sodného připraveného smíšením 31,2 g $NaHSO_3$ ve formě 78 g 40% roztoku s 30 ml 10N louhu sodného, 450 ml vody a 50 g ledu. Teplota během vnášení diaza je 17 až 30 °C. Míchá se přes noc, roztok musí být stále alkalický na brilant. Příští den se zahřeje na 75 °C. Po rozpuštění všech komponent se přidá 3 g aktivního uhlí a roztok se za tepla skleruje. Aktivní uhlí se na filtru promyje teplou vodou, filtrát se za tepla vysolí 70 g KCl a ponechá se zvolna zchladnout na 20 °C. Vyloučená draselná sůl hydrazinsulfonanu se odsaje a suší ve vakuu při 50–60 °C. Vysušený produkt se zvolna a za míchání vnese do 240 g kyseliny sírové konc. při teplotě 40–50 °C a na této teplotě se vzniklý roztok udržuje 6–7 hodin. Teplota se zvýší na 90–95 °C a po 1hodinovém zahřívání na této teplotě se ochladí na 75 °C. Přikape se 240 ml vody, přičemž se teplota udržuje na 60 °C. Ochladí se na 25 °C a vyloučený dimethylpyrazolantron se odfiltruje na fritě. Promyje se vodou do neutrální reakce a suší ve vakuu při 100 °C.

Výtěžek je 19,8 g 99% produktu.

146895

PŘEDMĚT PATENTU

Způsob přípravy 5,8-dimetylpyrazolantro-
nu vzorce



vyznačený tím, že 5,8-dimetyl-1-aminoantra-
chlinon se diazotuje dusičnanem sodným v
prostředí kyseliny sírové, vzniklá diazoniová
sůl se redukuje roztokem siřičitanu sodného
v alkalickém prostředí a redukční produkt
se izoluje jako 5,8-dimetylantrachinon-1-
hydrazindisulfonam draselný, který se kon-
centrovanou kyselinou sírovou při 90—95 °C
cyklisuje na 5,8-dimetylpyrazolantrom.

Saverograft, s. p., provozovna 32. Most